

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

27.10.03

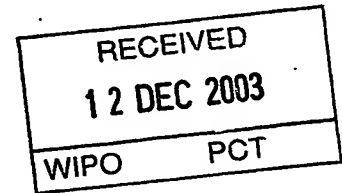
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年10月29日
Date of Application:

出願番号 特願2002-314055
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2002-314055]

出願人 JFEスチール株式会社
Applicant(s):

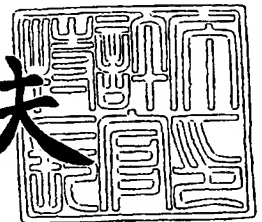


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 02J00660

【提出日】 平成14年10月29日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C21D 8/12

【発明の名称】 ベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法

【請求項の数】 3

【発明者】

【住所又は居所】 岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし） 川崎製鉄株式会社 水島製鉄所内

【氏名】 寺島 敬

【発明者】

【住所又は居所】 岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし） 川崎製鉄株式会社 水島製鉄所内

【氏名】 高島 稔

【発明者】

【住所又は居所】 岡山県倉敷市水島川崎通1丁目（番地なし） 川崎製鉄株式会社 水島製鉄所内

【氏名】 早川 康之

【特許出願人】

【識別番号】 000001258

【氏名又は名称】 川崎製鉄株式会社

【代理人】

【識別番号】 100072051

【弁理士】

【氏名又は名称】 杉村 興作

【選任した代理人】

【識別番号】 100059258

【弁理士】

【氏名又は名称】 杉村 暁秀

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 074997

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0018860

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 C:0.08mass%以下、Si:2.0～8.0 mass%およびMn:0.005～3.0 mass%を含み、かつAlを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減した成分組成を有する鋼スラブを、熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施し、次いで脱炭焼鈍を行い、その後MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布して二次再結晶焼鈍を施し、引き続き純化焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法において、

該純化焼鈍を1050℃以上の温度域で施すとともに、この純化焼鈍温度が1170℃以下の温度域では雰囲気の水素分圧を0.8 atm以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を0.4 atm以下に調整することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項2】 請求項1において、鋼スラブが、さらに、Ni:0.005～1.50mass%およびCu:0.01～1.50mass%のいずれか1種または2種を含有する成分組成を有することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2において、鋼スラブが、さらに、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で0.0050～0.50mass%にて含有し、さらに純化焼鈍温度が1050℃以上1170℃以下の温度域では雰囲気の水素分圧を0.6 atm以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を0.2 atm以下に調整することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

この発明は、磁気特性およびベンド特性の良好な方向性電磁鋼板を安定して製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

方向性電磁鋼板の製造に際しては、インヒビターと呼ばれる析出物を使用して、最終仕上焼鈍中にゴス方位粒と呼ばれる $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位粒を優先的に二次再結晶させることが、一般的な技術として使用されている。

例えば、特許文献1には、インヒビターとしてAlN, MnSを使用する方法が、また特許文献2には、インヒビターとしてMnS, MnSeを使用する方法が開示され、いずれも工業的に実用化されている。

これらとは別に、CuSeとBNを添加する技術が特許文献3に、またTi, Zr, V等の窒化物を使用する方法が特許文献4に、それぞれ開示されている。

【0003】

これらのインヒビターを用いる方法は、安定して二次再結晶粒を発達させるのに有用な方法であるが、析出物を微細に分散させなければならないので、熱延前のスラブ加熱を1300℃以上の高温で行うことが必要とされる。

しかしながら、スラブの高温加熱は、設備コストが嵩むことその他、熱間圧延時に生成するスケール量も増大することから歩留りが低下し、また設備のメンテナンスが煩雑になる等の問題がある。

【0004】

これに対して、インヒビターを使用しないで方向性電磁鋼板を製造する方法が、特許文献5、特許文献6、特許文献7および特許文献8に開示されている。これらの技術に共通していることは、表面エネルギーを駆動力として $\{110\}$ 面を優先的に成長させることを意図していることである。

表面エネルギー差を有効に利用するためには、表面の寄与を大きくするために板厚を薄くすることが必然的に要求される。例えば、特許文献5に開示の技術では板厚が0.2mm以下に、また特許文献6に開示の技術では板厚が0.15mm以下に、それぞれ制限されている。

しかしながら、現在使用されている方向性電磁鋼板の板厚は0.20mm以上がほとんどであるため、上記したような表面エネルギーを利用した方法で磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を製造することは難しい。

【0005】

ここに、表面エネルギーを利用するためには、表面酸化物の生成を抑制した状

態で高温の最終仕上焼鈍を行わなければならない。例えば、特許文献5に開示の技術では、1180℃以上の温度で、しかも焼鈍雰囲気として、真空または不活性ガス、あるいは水素ガスまたは水素ガスと窒素ガスとの混合ガスを使用することが記載されている。

また、特許文献6に開示の技術では、950～1100℃の温度で、不活性ガス雰囲気あるいは水素ガスまたは水素ガスと不活性ガスの混合雰囲気、しかもこれらを減圧することが推奨されている。さらに、特許文献8に開示の技術では、1000～1300℃の温度で酸素分圧が0.5 Pa以下の非酸化性雰囲気中または真空中で最終仕上焼鈍を行うことが記載されている。

【0006】

このように、表面エネルギーを利用して良好な磁気特性を得ようとする、最終仕上焼鈍の雰囲気は不活性ガスや水素が必要とされ、また推奨される条件として真空とすることが要求されるけれども、高温と真空の両立は設備的には極めて難しく、またコスト高ともなる。

【0007】

また、表面エネルギーを利用した場合には、原理的には $\{110\}$ 面の選択のみが可能であるにすぎず、圧延方向に $\langle 001 \rangle$ 方向が揃ったゴス粒の成長が選択されるわけではない。

方向性電磁鋼板は、圧延方向に磁化容易軸 $\langle 001 \rangle$ を揃えてこそ磁気特性が向上するので、 $\{110\}$ 面の選択のみでは原理的に良好な磁気特性は得られない。そのため、表面エネルギーを利用する方法で良好な磁気特性を得ることができる圧延条件や焼鈍条件は極めて限られたものとなり、その結果、得られる磁気特性は不安定とならざるを得ない。

【0008】

さらに、表面エネルギーを利用する方法では、表面酸化層の形成を抑制して最終仕上焼鈍を行わねばならず、たとえば MgO のような焼鈍分離剤を塗布焼鈍することができないので、最終仕上焼鈍後に通常の方法性電磁鋼板と同様な酸化物被膜を形成することはできない。例えば、フォスフェイト被膜は、焼鈍分離剤として MgO を主成分として塗布した時に形成される被膜であるが、この被膜は鋼板

表面に張力を与えるだけでなく、フォスフェイト被膜の上にさらに塗布焼き付けるリン酸塩を主体とする絶縁張力コーティングの密着性を確保する機能を担っている。従って、フォスフェイト被膜の無い場合には鉄損は大幅に劣化する。

【0009】

そこで、発明者らは、インヒビター形成成分を含有しない素材について、ゴス方位結晶粒を二次再結晶により発達させる技術を、特許文献9に提案した。この技術は、表面エネルギーを用いることなく結晶粒をゴス方位に揃えることが可能であるため、上記した鋼板表面の制約がなく、従って最終仕上焼鈍時に焼鈍分離剤を塗布してフォスフェイト被膜を形成することができる。

【0010】

ところで、最終仕上焼鈍は、通常、二次再結晶焼鈍と、被膜形成並びに純化を目的とした純化焼鈍とからなるが、純化焼鈍は、一般に1180℃以上の水素雰囲気において行われる。この純化焼鈍の温度が1180℃未満では、鋼中のSおよびSeに代表される不純物が純化不良になり、この純化不良が原因で後述のベンド特性の劣化をまねくことになる。

【0011】

これに対して、特許文献9に提案した技術では、Al含有量を所定の範囲に低減するとともに、SおよびSeの含有も制限しているため、純化焼鈍温度は被膜形成に必要とされる温度で十分であり、従来のインヒビター成分を含む素材を用いる場合のように、高温の純化焼鈍は必ずしも必要ではなかった。

【0012】

【特許文献1】

特公昭40-15644 号公報

【特許文献2】

特公昭51-13469 号公報

【特許文献3】

特公昭58-42244 号公報

【特許文献4】

特公昭46-40855 号公報

【特許文献 5】

特開昭64-55339 号公報

【特許文献 6】

特開平 2 - 57635 号公報

【特許文献 7】

特開平 7 - 76732 号公報

【特許文献 8】

特開平 7 - 197126号公報

【特許文献 9】

特開2000-129356号公報

【0 0 1 3】**【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、純化焼鈍後の S および Se の残留量が、ベンド特性に影響を及ぼさないレベルに純化されているにもかかわらず、製品板のベンド特性が劣化されるという、新たな問題が生じることが明らかとなった。すなわち、従来、ベンド特性劣化の原因であった、S および Se の純化不良以外に、その原因があることが示唆された。

【0 0 1 4】

ここで、ベンド特性とは、JIS C 2550 に規定された、繰返し曲げ試験に従って、鋼板を幅 30mm に切り出し、これに張力をかけて繰返し直角に曲げて、鋼板に亀裂が生じるまでの回数を測定して評価される。このベンド特性に劣ると、鋼板の打ち抜きラインの途中で鋼板が破断したり、巻トランスの製造において鋼板に割れが発生し易くなる。

【0 0 1 5】

この発明は、インヒビターを用いる方向性電磁鋼板における、熱延前の高温スラブ加熱に付随する問題を回避した、上記特許文献 9 に開示した方向性電磁鋼板の製造技術の改良に係り、特に製品板におけるベンド特性の劣化を回避しようとするものである。

【0 0 1 6】

【課題を解決するための手段】

この発明の要旨構成は、次のとおりである。

(1) C : 0.08mass%以下、Si : 2.0 ~ 8.0 mass%およびMn : 0.005 ~ 3.0 mass%を含み、かつAlを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減した成分組成を有する鋼スラブを、熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施し、次いで脱炭焼鈍を行い、その後MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布して二次再結晶焼鈍を施し、引き続き純化焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法において、

該純化焼鈍を1050℃以上の温度域で施すとともに、この純化焼鈍温度が1170℃以下の温度域では雰囲気の水素分圧を0.8 atm以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を0.4 atm以下に調整することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

【0017】

(2) 上記(1)において、鋼スラブが、さらに、Ni : 0.005 ~ 1.50mass%およびCu : 0.01 ~ 1.50mass%のいずれか1種または2種を含有する成分組成を有することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

【0018】

(3) 上記(1) または(2) において、鋼スラブが、さらに、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で0.0050 ~ 0.50 mass%にて含有し、さらに純化焼鈍温度が1050℃以上1170℃以下の温度域では雰囲気の水素分圧を0.6 atm以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を0.2 atm以下に調整することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

【0019】**【発明の実施の形態】**

以下、この発明を具体的に説明する。

この発明では、インヒビターを使用しないで二次再結晶を発現させる方法を利用する。

さて、発明者らは、ゴス方位粒が二次再結晶する理由について鋭意研究を重ね

た結果、一次再結晶組織における方位差角が $20\sim 45^\circ$ である粒界が重要な役割を果たしていることを発見し、Acta Material 45巻(1997)1285頁に報告した。

【0020】

すなわち、方向性電磁鋼板の二次再結晶直前の状態である一次再結晶組織を解析し、様々な結晶方位を持つ各々の結晶粒周囲の粒界について、粒界方位差角が $20\sim 45^\circ$ である粒界の全体に対する割合(mass%)について調査した結果を、図1に示す。図1において、結晶方位空間はオイラー角(Φ_1 、 Φ 、 Φ_2)の $\Phi_2=45^\circ$ 断面を用いて表示しており、ゴス方位など主な方位を模式的に表示してある。

【0021】

図1は、方向性電磁鋼板の一次再結晶組織における、方位差角 $20\sim 45^\circ$ である粒界の存在頻度を示したものであるが、ゴス方位が最も高い頻度を持つことがわかる。ここに、方位差角 $20\sim 45^\circ$ の粒界は、C. G. Dunnらによる実験データ(AIME Transaction 188巻(1949)368頁)によれば、高エネルギー粒界である。この高エネルギー粒界は、粒界内の自由空間が大きく乱雑な構造をしている。粒界拡散は、粒界を通じて原子が移動する過程であるので、粒界中の自由空間の大きい高エネルギー粒界のほうが粒界拡散が速い。

【0022】

二次再結晶は、インヒビターと呼ばれる析出物の拡散律速による成長・粗大化に伴って発現することが知られている。高エネルギー粒界上の析出物は、仕上焼鈍中に優先的に粗大化が進行するので、ゴス方位となる粒の粒界が優先的にピン止めがはずれて粒界移動を開始し、ゴス方位粒が成長すると考えられる。

【0023】

発明者らは、上記の研究をさらに発展させて、二次再結晶におけるゴス方位粒の優先的成長の本質的要因は、一次再結晶組織中の高エネルギー粒界の分布状態にあり、インヒビターの役割は、高エネルギー粒界であるゴス方位粒の粒界と他の粒界との移動速度差を生じさせることにあるのを見出した。

従って、この理論に従えば、インヒビターを用いなくとも、粒界の移動速度差を生じさせることができれば、ゴス方位に二次再結晶させることが可能となる。

【0024】

さて、鋼中に存在する不純物元素は、粒界とくに高エネルギー粒界に偏析し易いため、不純物元素を多く含む場合には、高エネルギー粒界と他の粒界との移動速度に差がなくなっているものと考えられる。

よって、素材を高純度化し、上記のような不純物元素の影響を排除することにより、高エネルギー粒界の構造に依存する本来的な移動速度差が顕在化して、ゴス方位粒に二次再結晶させることが可能になる。

【0025】

上述したように、インヒビターを用いないこと、特に素材段階でSおよびSeを50ppm以下とする場合は、その他不純物を純化するのであれば、従来のインヒビター成分を含有する場合のように、高温で純化焼鈍を行う必要はない。しかしながら、この発明では、フォルステライト被膜の形成が必要な場合、被膜形成可能な温度まで昇温させる必要があるが、その際、インヒビター成分をほとんど含まないにもかかわらず、ベンド特性が劣化することが、新たに判明した。

【0026】

そこで、まず、ベンド特性が劣化する原因を調査したところ、ベンド不良となる直接の原因は、窒化珪素の粒界への析出に伴う粒界強度の低下が原因であることが判明した。この窒化珪素の粒界への析出は、純化焼鈍後においても地鉄中に窒素が残留していることが原因であると考えられる。さらにコイルを詳しく調べた結果、コイル端部とコイル中央部との間で窒素残留量に差がないにも関わらず、コイル端部でのみベンド特性が不良となることがわかった。

【0027】

つまり、地鉄中の窒素を完全に純化しなくとも、窒素を鋼中に残留させた状態で窒化珪素の粒界への析出を防止することにより、ベンド特性を改善させる可能性があることが示唆されたのである。そこで、発明者らは、鋼中に窒素を残留させたまま窒化珪素の粒界への析出を防止できる条件を鋭意検討した結果、純化焼鈍時の水素分圧と温度とを規制することによって、窒化珪素の粒界析出を防止できることを見出し、この発明を完成するに到った。

【0028】

ここで、窒化珪素の粒界析出を防止できる理由は定かではないが、発明者らは以下の様な理由であると考えている。

まず、鋼板を高温の水素雰囲気下で焼鈍することにより、水素侵食がおり二次再結晶粒の粒界が脆化する、つまり粒界にマイクロボイドやフィシャーが形成される。このマイクロボイド等は、金属表面が露出している状態であることから、純化焼鈍の降温途中で窒化珪素が金属表面の露出部分、つまり粒界のマイクロボイド等に優先的に析出すると考えられる。また、この現象は、Sb等の水素侵食促進元素として知られる元素の量が鋼中に増加するとベンド不良部分がより広がる、ということからも、水素侵食が原因であることが示唆される。つまり、純化焼鈍条件が高温かつ水素分圧が高い条件の下で、窒化珪素の粒界析出が起りやすくなるため、これらの条件を回避することによってベンド特性は改善されるのである。

【0029】

以下に、この発明の電磁鋼板の製造方法について、各構成要件の限定理由を述べる。

まず、電磁鋼素材の成分組成は、C:0.08mass%以下、Si:2.0 ~8.0 mass%およびMn:0.005 ~3.0 mass%を含み、かつAlを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減したものとする。

C:0.08mass%以下

素材段階でC量が0.08mass%を超えていると、脱炭焼鈍を施してもCは磁気時効の起こらない50ppm以下に低減することが困難になるため、C量は0.08mass%以下に制限しておく必要がある。

【0030】

Si:2.0 ~8.0 mass%

Siは、電気抵抗を高めて鉄損の向上に有効に寄与するが、含有量が2.0 mass%に満たないと十分な鉄損低減効果が得られず、一方8.0 mass%を超えると加工性が劣化するため、Si量は2.0 ~8.0 mass%とする。

【0031】

Mn:0.005 ~3.0 mass%

Mnは、熱間加工性を良好にするために必要な元素であるが、0.005 mass%に満たないとその添加効果に乏しく、一方3.0 mass%を超えると磁束密度が低下するため、Mn量は0.005 ~3.0 mass%とする。

【0032】

Al: 100ppm未満かつN、SおよびSe: それぞれ50ppm 以下

不純物元素であるAlは100ppm未満、SおよびSeについてはそれぞれ50ppm 以下に低減することが、良好な二次再結晶を実現する上で必要になる。また、Nについては、純化焼鈍後のSi窒化物の生成を防止するために、50ppm 以下に低減することが望ましい。

【0033】

その他、窒化物形成元素であるTi、Nb、B、TaおよびV等についても、それぞれ50ppm 以下に低減することが鉄損の劣化を防ぎ、良好な加工性を確保する上で有利である。

【0034】

以上、必須成分および抑制成分について説明したが、この発明では、その他にも以下に述べる元素を適宜含有させることができる。

すなわち、熱延板組織を改善して磁気特性を向上させる目的で、Ni: 0.005 ~1.50mass%およびCu: 0.01~1.50mass%のいずれか1種または2種を添加することができる。しかしながら、それぞれの添加量が下限未満では磁気特性の向上量が小さく、一方上限を超えると二次再結晶が不安定になり磁気特性が劣化するため、それぞれ上記の範囲とすることが好ましい。

【0035】

さらに、鉄損の向上を目的として、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で0.0050~0.50mass%にて添加することができる。しかしながら、いずれか1種または2種以上の合計が下限値に満たないと鉄損向上効果が小さく、一方上限を超えると二次再結晶粒の発達が抑制されるため、いずれも上記範囲で添加することが好ましい。

【0036】

次に、上記の好適成分組成に調整した溶鋼を、転炉、電気炉などを用いる公知

の方法で精錬し、必要があれば真空処理などを施したのち、通常の造塊法や連続鑄造法を用いてスラブを製造する。また、直接鑄造法を用いて 100mm以下の厚さの薄鑄片を直接製造してもよい。

【0037】

スラブは、通常の方法で加熱して熱間圧延するが、鑄造後、加熱せずに直ちに熱間圧延に供してもよい。また、薄鑄片の場合には、熱間圧延を行っても良いし、熱間圧延を省略してそのまま以後の工程に進めてもよい。

熱間圧延前のスラブ加熱温度は1250℃以下に抑えることが、熱間圧延時に生成するスケール量を低減する上で特に望ましい。また、結晶組織の微細化および不可避免的に混入するインヒビター形成成分の弊害を無害化して、均一な整粒一次再結晶組織を実現する意味でもスラブ加熱温度の低温化が望ましい。

【0038】

次いで、必要に応じて熱延板焼鈍を施す。すなわち、ゴス組織を製品板において高度に発達させるためには、熱延板焼鈍温度は 800～1100℃の範囲が好適である。というのは、熱延板焼鈍温度が 800℃未満では熱間圧延でのバンド組織が残留し、整粒の一次再結晶組織を実現することが困難になり、二次再結晶の発達が阻害され、一方熱延板焼鈍温度が1100℃を超えると、不可避免的に混入するインヒビター形成成分が固溶し冷却時に不均一に再析出するために、整粒一次再結晶組織を実現することが困難となり、やはり二次再結晶の発達が阻害されるからである。さらに、熱延板焼鈍温度が1100℃を超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化しすぎることも、整粒の一次再結晶組織を実現する上で極めて不利である。

【0039】

上記熱延板焼鈍後、必要に応じて中間焼鈍を挟む1回以上の冷間圧延を施したのち、脱炭焼鈍を行い、Cを磁気時効の起こらない50ppm 以下、好ましくは30ppm 以下に低減する。

【0040】

なお、冷間圧延に際しては、圧延温度を100～300℃に上昇させて行うこと、および冷間圧延途中で100～300℃の範囲での時効処理を1回または複数回行うことが、ゴス組織を発達させる点で有効である。

【0041】

また、最終冷間圧延後の脱炭焼鈍は、湿潤雰囲気を使用して 700～1000℃の温度範囲で行うことが好適である。また、脱炭焼鈍後に浸珪法によってSi量を増加させる技術を併用してもよい。

【0042】

その後、MgO を主体とする焼鈍分離剤を適用して、二次再結晶焼鈍および純化焼鈍からなる最終仕上焼鈍を施すことにより二次再結晶組織を発達させるとともにフォスフェイト被膜を形成させる。

【0043】

次に、二次再結晶焼鈍は、二次再結晶発現のために800℃以上で行うことが有利である。ちなみに、この800℃までの加熱速度は、磁気特性に大きな影響を与えないので任意の条件でよい。

【0044】

引き続き行う純化焼鈍では、良好なフォスフェイト被膜を形成させる観点から、焼鈍温度は1050℃以上とする。さらに、純化焼鈍では、ベンド特性の劣化を回避するために、純化焼鈍温度が1170℃以下の温度域では雰囲気の水素分圧を0.8 atm 以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を0.4 atm 以下に調整することが肝要である。すなわち、1170℃以下の温度域で水素分圧が0.8 atm を超えたり、1170℃を超える温度域で水素分圧が0.4 atm を超えると、水素浸食により粒界にボイドが生成し、冷却過程で鋼中に固溶していたN₂ がボイド上に窒化珪素として析出し、ベンド不良を引き起こすからである。

【0045】

さらに、爆発防止の観点から、純化焼鈍における焼鈍炉内の全圧は1.0atm以上とすることが好ましい。その際、水素分圧を調整するためのガスとしては、Ar、NeおよびHe等の不活性ガスが好ましいが、窒素を用いても構わない。

【0046】

なお、上述したように、鋼中にはAs、Te、Se、S、Sb、Sm、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdの1種または2種以上を、鉄損の改善を目的として含有させることが

できるが、これらの元素の含有量が多くなると水素侵食が加速されるため、これらの元素が合計で0.0050mass%以上含まれる場合は、純化焼鈍温度が1170℃以下の温度域で雰囲気の水素分圧を0.6 atm 以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域で雰囲気の水素分圧を0.2 atm 以下に調整することが好ましい。

【0047】

ちなみに、これらの水素侵食を加速させる元素が合計で0.5 mass%よりも多くなると、この発明の方法をもってしてもベンド特性改善の効果が得られなくなるため、0.5 mass%以下とする必要がある。

【0048】

この純化焼鈍後は、平坦化焼鈍により形状矯正する。なお、鉄損を改善するために、鋼板表面に張力を付与する絶縁コーティングを施すことが有効である。

【0049】

【実施例】

実施例 1

C : 0.050 mass%、Si : 3.25mass%、Mn : 0.070 mass%、Al : 80ppm、N : 40ppm、S : 20ppm およびSe : 20ppm を含有する鋼スラブを、1200℃の温度に加熱後、熱間圧延にて2.2 mm厚の熱延板コイルとした。この熱延板に1000℃の温度で30秒間の熱延板焼鈍を施し、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延し、最終板厚0.28mmとした。その後、脱脂処理を行い、均熱温度840℃で120 秒間保持する、脱炭焼鈍の後、MgO を主体とする焼鈍分離剤を塗布してから最終仕上焼鈍を施し、製品板とした。最終仕上焼鈍は、850℃から純化焼鈍温度までを25℃/h の速度で昇温する二次再結晶焼鈍を施したのち、表1に示す種々の温度および水素分圧（全圧：1.0atm）にて5時間の純化焼鈍を行った。

【0050】

かくして得られた製品板について、磁気特性およびベンド特性を調査した結果について、表1に示す。ここで、ベンド特性は、JIS C2550に規定された、繰返し曲げ試験において、6 回未満で亀裂が生じたものを不良とした（以下の実施例でも同様）。表1から、この発明の条件を満足する例では、優れたベンド特性

が得られていることがわかる。なお、製品板において、C、Al、SおよびSeは不純物程度の含有量であった。

【0051】

【表1】

No	純化焼鈍温度 (°C)	水分圧 (atm)	残留窒素量 (ppm)	ベンド特性	磁気特性 B_r (T)	備考
1	1160	0	30	良好	1.89	発明例
2	1160	0.2	32	良好	1.90	発明例
3	1160	0.4	31	良好	1.90	発明例
4	1160	0.6	33	良好	1.89	発明例
5	1160	0.8	29	良好	1.91	発明例
6	1160	1.0	30	不良	1.90	比較例
7	1170	0	28	良好	1.90	発明例
8	1170	0.2	25	良好	1.89	発明例
9	1170	0.4	29	良好	1.90	発明例
10	1170	0.6	33	良好	1.89	発明例
11	1170	0.8	30	良好	1.91	発明例
12	1170	1.0	32	不良	1.90	比較例
13	1180	0	28	良好	1.90	発明例
14	1160	0.2	26	良好	1.89	発明例
15	1180	0.4	26	良好	1.90	発明例
16	1180	0.6	27	不良	1.90	比較例
17	1180	0.8	29	不良	1.89	比較例
18	1180	1.0	26	不良	1.91	比較例

【0052】

実施例2

表2に示す成分を含有する鋼スラブを、1200℃の温度に加熱後、熱間圧延にて2.2 mm厚の熱延板コイルとした。その後、1000℃の温度で30秒間の熱延板焼鈍を施し、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延して最終板厚0.28mmとした。次いで、脱脂処理を行い、均熱温度840℃で120秒間保

持する脱炭焼鈍後、MgO を主体とする焼鈍分離剤を塗布してから、最終仕上焼鈍を施し製品板とした。最終仕上焼鈍は、850 °Cから純化焼鈍温度までを25°C/hの速度で昇温する二次再結晶焼鈍を施したのち、表2に示す種々の温度および水素分圧（全圧：1.0atm）にて5時間の純化焼鈍を行った。

【0053】

かくして得られた製品板の磁気特性およびベンド特性について調査した結果を、表2に示す。なお、製品板において、C、Al、SおよびSeは不純物程度の含有量であった。

【0054】

【表 2】

No.	C (%)	Si (%)	Mn (%)	sol. Al (ppm)	N (ppm)	S (ppm)	Sb (%)	純化焼鈍温度: °C	水素分圧 (atm)	ベンド特性	磁気特性 B ₀ (T)	備考
1	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	0	良好	1.90	発明例
2	0.04	3.25	0.07	55	49	20	0.002	1180	0.2	良好	1.90	発明例
3	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	0.4	良好	1.91	発明例
4	0.04	3.25	0.07	50	51	20	0.002	1180	0.6	不良	1.88	比較例
5	0.04	3.25	0.07	48	50	20	0.002	1180	0.8	不良	1.89	比較例
6	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	1.0	不良	1.89	比較例
7	0.04	3.25	0.07	47	51	20	0.002	1160	0	良好	1.90	発明例
8	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1160	0.2	良好	1.91	発明例
9	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.002	1160	0.4	良好	1.89	発明例
10	0.04	3.25	0.07	50	52	20	0.002	1160	0.6	良好	1.90	発明例
11	0.04	3.25	0.07	52	50	20	0.002	1160	0.8	良好	1.88	発明例
12	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1160	1.0	不良	1.90	比較例
13	0.04	3.25	0.07	47	51	20	0.005	1180	0	良好	1.89	発明例
14	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.005	1180	0.2	良好	1.91	発明例
15	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.005	1180	0.4	不良	1.90	比較例
16	0.04	3.25	0.07	50	52	20	0.005	1180	0.6	不良	1.90	比較例
17	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.005	1180	0.8	不良	1.91	比較例
18	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.005	1180	1.0	不良	1.89	比較例
19	0.04	3.25	0.07	47	50	20	0.050	1160	0	良好	1.90	発明例
20	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.050	1160	0.2	良好	1.88	発明例
21	0.04	3.25	0.07	50	53	20	0.050	1160	0.4	良好	1.90	発明例
22	0.04	3.25	0.07	47	51	20	0.050	1160	0.6	良好	1.89	発明例
23	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1160	0.8	不良	1.90	比較例
24	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.050	1160	1.0	不良	1.88	比較例
25	0.04	3.25	0.07	50	52	20	0.050	1180	0	良好	1.90	発明例
26	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1180	0.2	良好	1.88	発明例
27	0.04	3.25	0.07	47	51	20	0.050	1180	0.4	不良	1.88	比較例
28	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1180	0.6	不良	1.89	比較例
29	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.050	1180	0.8	不良	1.88	比較例
30	0.04	3.25	0.07	50	52	20	0.050	1180	1.0	不良	1.88	比較例

【0055】

実施例 3

表 3 に示す成分組成になる鋼スラブを、1200℃の温度に加熱後、熱間圧延し、2.2 mm厚の熱延板コイルとした。この熱延板に、1000℃の温度で30秒間の熱延板焼鈍を施し、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延し、最終板厚0.28mmとした。その後、脱脂処理を行い、均熱温度840℃で120秒間保持する脱炭焼鈍の後、MgO を主体とする焼鈍分離剤を塗布してから、最終仕上焼鈍を施し製品板とした。最終仕上焼鈍は、850℃から1160℃まで25℃/hで昇温する二次再結晶焼鈍を施した後、1160℃で5時間の純化焼鈍を行った。この純化焼鈍において、水素分圧を0～1.0atm（全圧：1.0atm）まで変化させた。

【0056】

かくして得られた製品板の磁気特性およびベンド特性について調査した結果を、表 3 に示すように、この発明の条件を満足する例では優れたベンド特性を得られている。なお、製品板において、C、Al、S および Se は不純物程度の含有量であった。

【0057】

【表3】

No	C (%)	Si (%)	Mn (%)	sol. Al (ppm)	N (ppm)	S (ppm)	Sb (%)	P (%)	Cr (%)	Bi (%)	水素分圧 (atm)	バンド 特性	磁気特性 B_s (T)	備考
1	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.02	—	—	—	0.2	良好	1.90	発明例
2	0.04	3.25	0.07	55	51	20	0.02	—	—	—	0.8	不良	1.90	比較例
3	0.04	3.25	0.07	50	50	20	—	0.02	—	—	0.2	良好	1.91	発明例
4	0.04	3.25	0.07	50	51	20	—	0.02	—	—	1.0	不良	1.88	比較例
5	0.04	3.25	0.07	48	52	20	0.02	—	0.02	—	0.6	良好	1.89	発明例
6	0.04	3.25	0.07	50	53	20	—	—	—	0.03	0.2	良好	1.89	発明例
7	0.04	3.25	0.07	47	51	20	—	—	—	0.03	1.0	不良	1.90	比較例
8	0.04	3.25	0.07	50	51	20	—	0.30	—	—	0.2	良好	1.91	発明例
9	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.04	0.20	—	—	0.4	不良	1.89	比較例
10	0.04	3.25	0.07	50	49	20	—	—	—	0.600	0.6	不良	1.90	比較例
11	0.04	3.25	0.07	52	50	20	0.200	0.300	—	—	0.6	不良	1.88	比較例

【0058】

【発明の効果】

この発明によれば、インヒビターを用いることなく方向性電磁鋼板を製造した際の、とくに製品板におけるベンド特性を改善することができるため、被膜特性に優れた方向性電磁鋼板を安定して提供し得る。

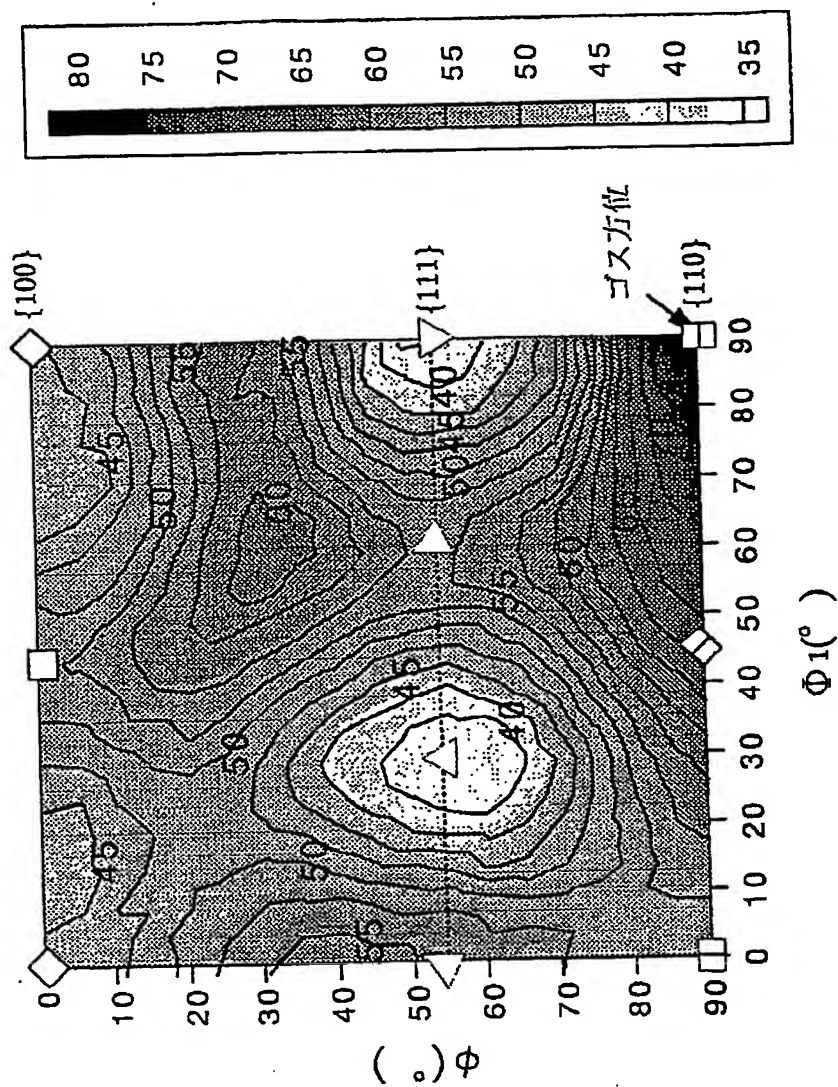
【図面の簡単な説明】

【図1】 最終仕上焼鈍前における方位差角が $20\sim 45^\circ$ である粒界の各方位粒に対する存在頻度（％）を示す図である。

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 特にSおよびSeを50ppm以下に低減した場合に問題となる、製品板におけるバンド特性の劣化を回避する。

【解決手段】 Alを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減した成分組成を有する鋼スラブを、熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍を施したのち、1回または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施し、次いで脱炭焼鈍を行い、その後MgOを主成分とする焼鈍分離剤を塗布して二次再結晶焼鈍を施し、引き続き純化焼鈍を施す、方向性電磁鋼板の製造方法において、純化焼鈍を1050℃以上の温度域で施すとともに、この純化焼鈍温度が1170℃以下の温度域では雰囲気の水素分圧を0.8 atm以下に、かつ純化焼鈍温度が1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を0.4 atm以下に調整する。

【選択図】 なし

特願 2002-314055

出願人履歴情報

識別番号

[000001258]

1. 変更年月日

1990年 8月13日

[変更理由]

新規登録

住 所

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

氏 名

川崎製鉄株式会社

2. 変更年月日

2003年 4月 1日

[変更理由]

名称変更

住所変更

住 所

東京都千代田区内幸町二丁目2番3号

氏 名

JFEスチール株式会社